

Química Analítica

Aula 2

Erros e Estatística

Prof. Jan Schripsema

(jan@uenf.br)

22-Mar-21

1



Grupo Metabolômica



Química Analítica

- O campo da química que trata da utilização e do desenvolvimento de ferramentas e processos para análise e estudo de substâncias químicas é conhecido como **química analítica**.
- A química analítica pode ser definida de forma bastante simples, porém abrangente, como 'ciência das medições químicas'.



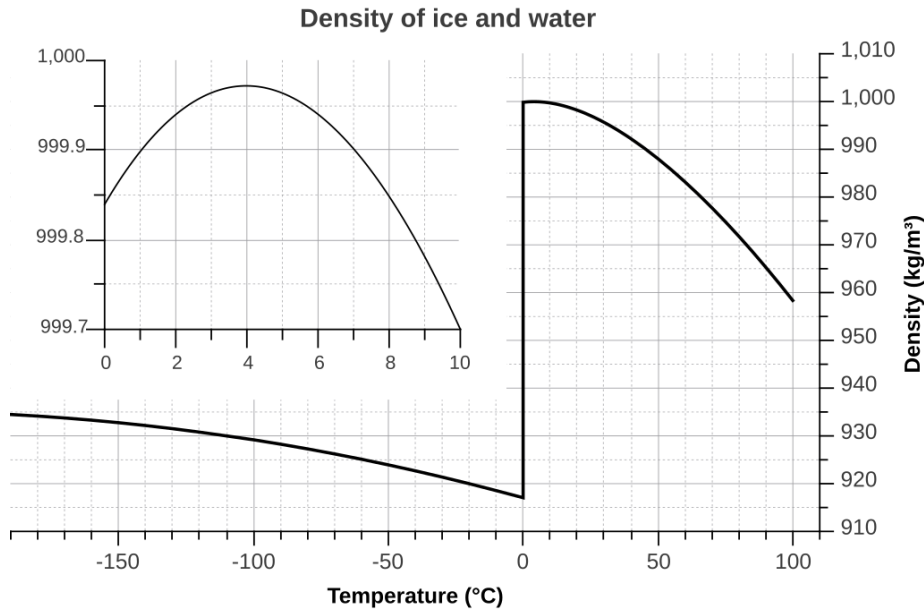
Química Analítica - Historia

- Um exemplo primordial de análise química é um método supostamente desenvolvido pelo matemático grego Arquimedes (287-212 a.C.). Arquimedes desenvolveu um método em que comparou as quantidades de água deslocada pela coroa e por uma massa igual de ouro puro.
- Segundo a lenda, Arquimedes teve essa ideia ao entrar em uma banheira e ver a água transbordar. Quando percebeu que esse efeito poderia ser usado para examinar o teor de ouro na coroa, diz-se que ele saltou do banho e exclamou: 'Eureka!', dando-nos uma expressão que passou a ser associada à descoberta científica
- **Como tomar um banho levou ao princípio de Arquimedes — Mark Salata**
- <https://www.youtube.com/watch?v=ijj58xD5fDI>



Densidade

Razão entre a massa e o volume: kg/ m^3



By Klaus-Dieter Keller, created with QtiPlot, Font: Liberation Sans - Own work, CC BY-SA 3.0,
<https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=19093965>

22-Mar-21

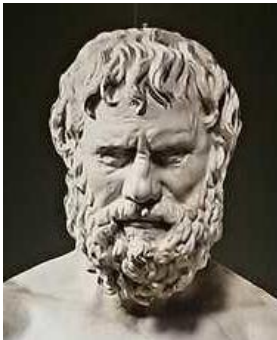
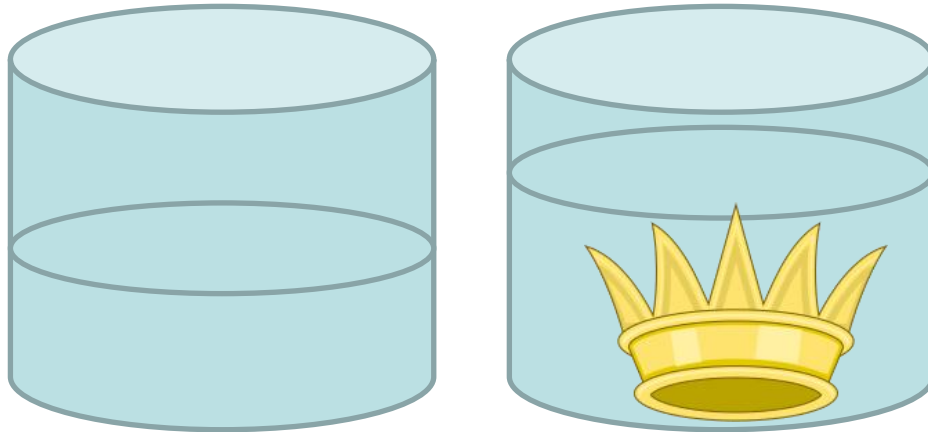
4



Grupo Metabolômica



Densidade



Eureka

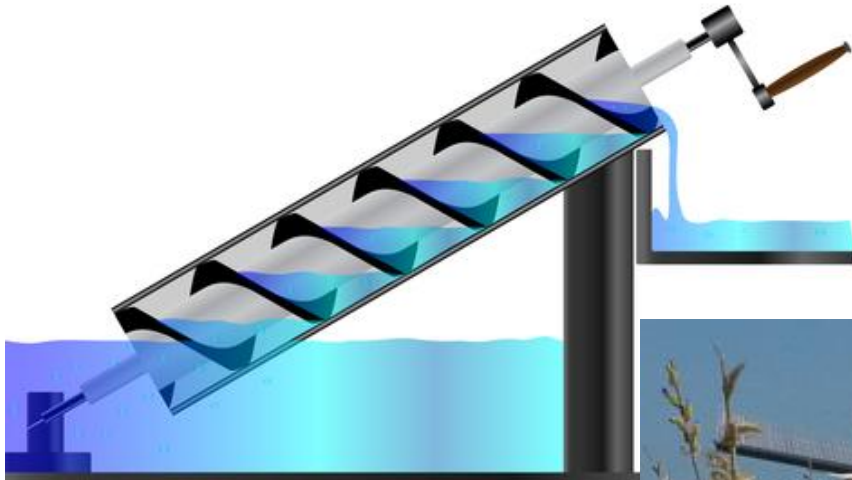
Archimedes
287 AC – 211 AC



Picnômetro



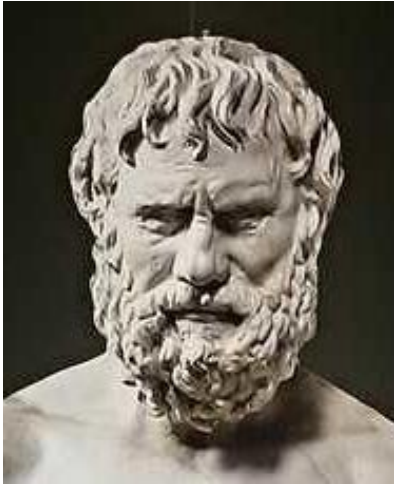
Archimedes (287 AC – 211 AC)



Parafuso de Archimedes



Máquina de Anticítera



Máquina de Anticítera
 ± 100 AC

Desvendando o mistério de Anticítera - science

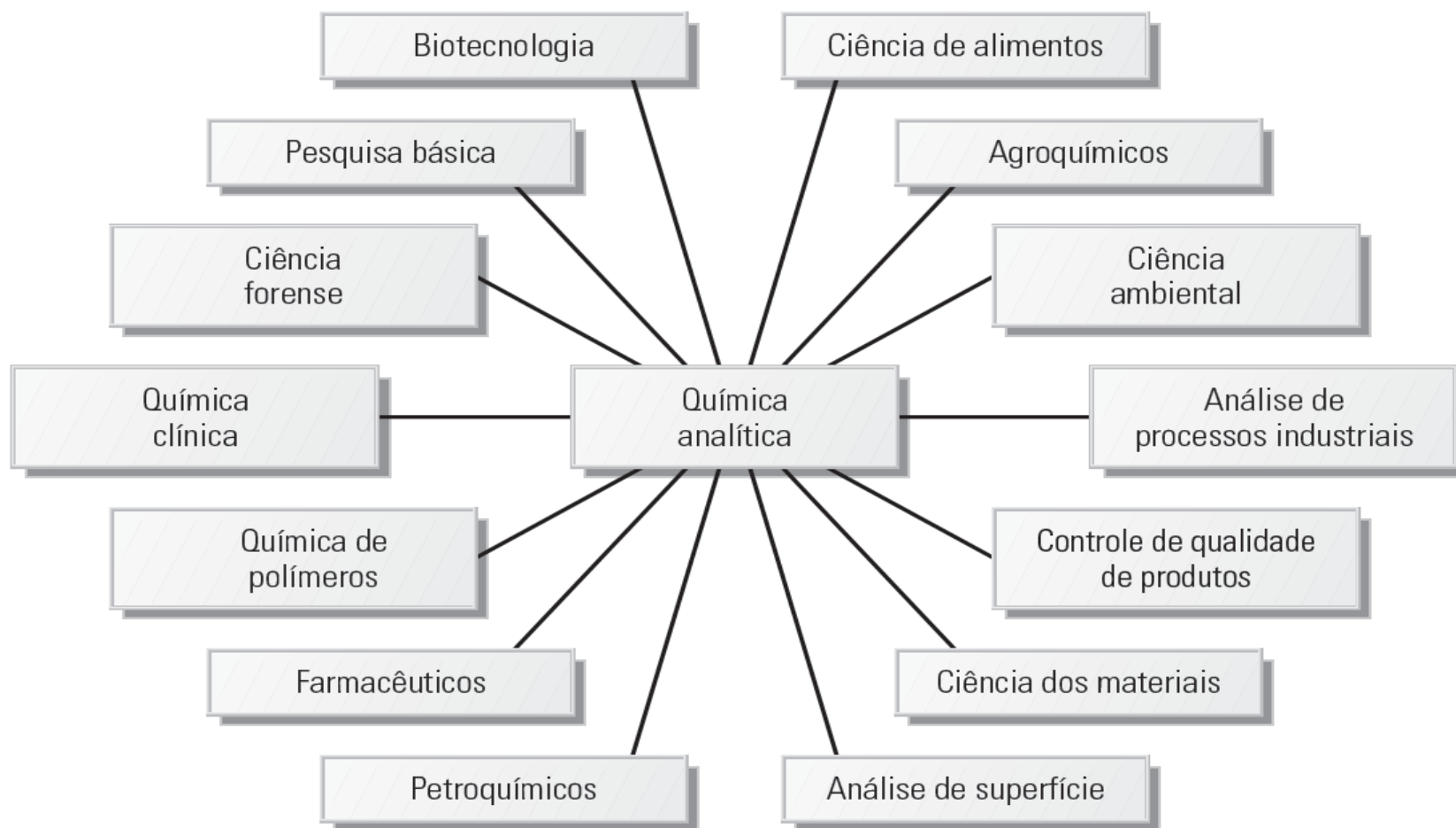
<https://www.youtube.com/watch?v=3enNQfuHiNI>

O Primeiro Computador do Mundo

<https://www.youtube.com/watch?v=7Jy4n8QkrMA>



Química Analítica



Química Analítica

- **Análise química no mundo moderno**
- Muitas das medições químicas feitas em laboratórios industriais referem-se à determinação da composição ou das propriedades de um produto ou matéria-prima visando a garantir que tal item esteja em condição satisfatória para venda ou utilização posterior (mecanismo conhecido como *controle de qualidade*).
- Outra aplicação importante acontece no estudo do mundo que nos rodeia. Isso inclui pesquisas sobre o câncer, a descoberta de novas drogas e o desenvolvimento de novos materiais sintéticos, entre outros temas.



Amostras

- A porção de material coletado para análise é chamada de **amostra**.
- O conjunto de substâncias que compõem uma amostra é chamado de **matriz**.
- A substância em particular que nos interessa medir ou estudar na amostra é denominada **analito**.



Amostras

Tipo de componente da amostra	Quantidade relativa na amostra	Exemplo: composição de ar seco (sem vapor d'água)
Componente majoritário	1–100%	Nitrogênio (78,1%), Oxigênio (20,9%)
Componente minoritário	0,01–1%	Argônio (0,9%), Dióxido de carbono (0,03%)
Componente residual	< 0,01% (100 ppm)	Neônio (18,2 ppm), Hélio (5,2 ppm), Metano (2 ppm), Criptônio (1,1 ppm), Hidrogênio (0,5 ppm), Dióxido de nitrogênio (0,5 ppm), Xenônio (0,09 ppm)

- Esse tipo de classificação levou a uma divisão de métodos de acordo com seu uso em **análise de componentes majoritários**, **análise de componentes minoritários** ou **análise de traços**.



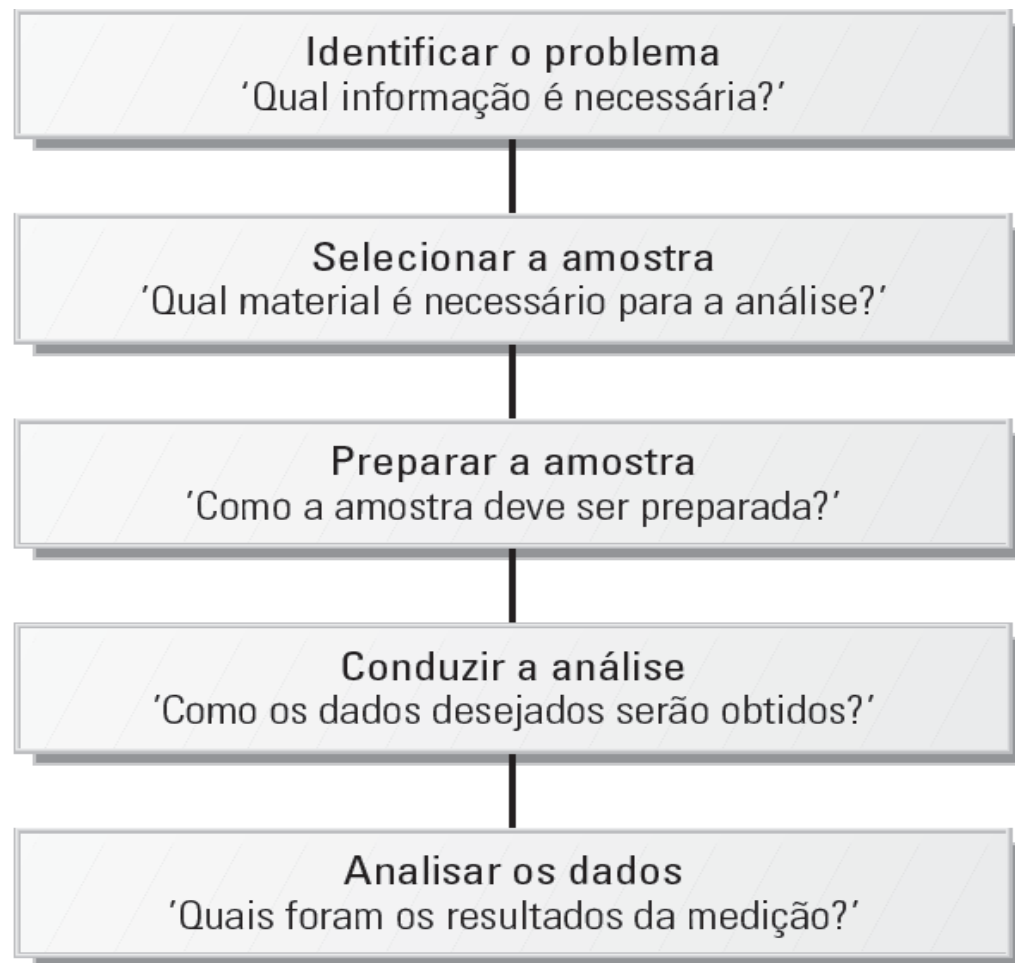
Métodos

- **Termos relativos a métodos**
- **O processo analítico.** Entre as palavras que já usamos para descrevê-lo estão *ensaio, análise e determinação*.
- Cada um desses termos se refere ao ato geral de examinar a amostra e seu analito.
- A abordagem utilizada para realizar esse teste é o **método analítico**, ou ‘técnica analítica’.
- Todo o grupo de operações utilizadas para a análise é conhecido como *procedimento ou protocolo*.

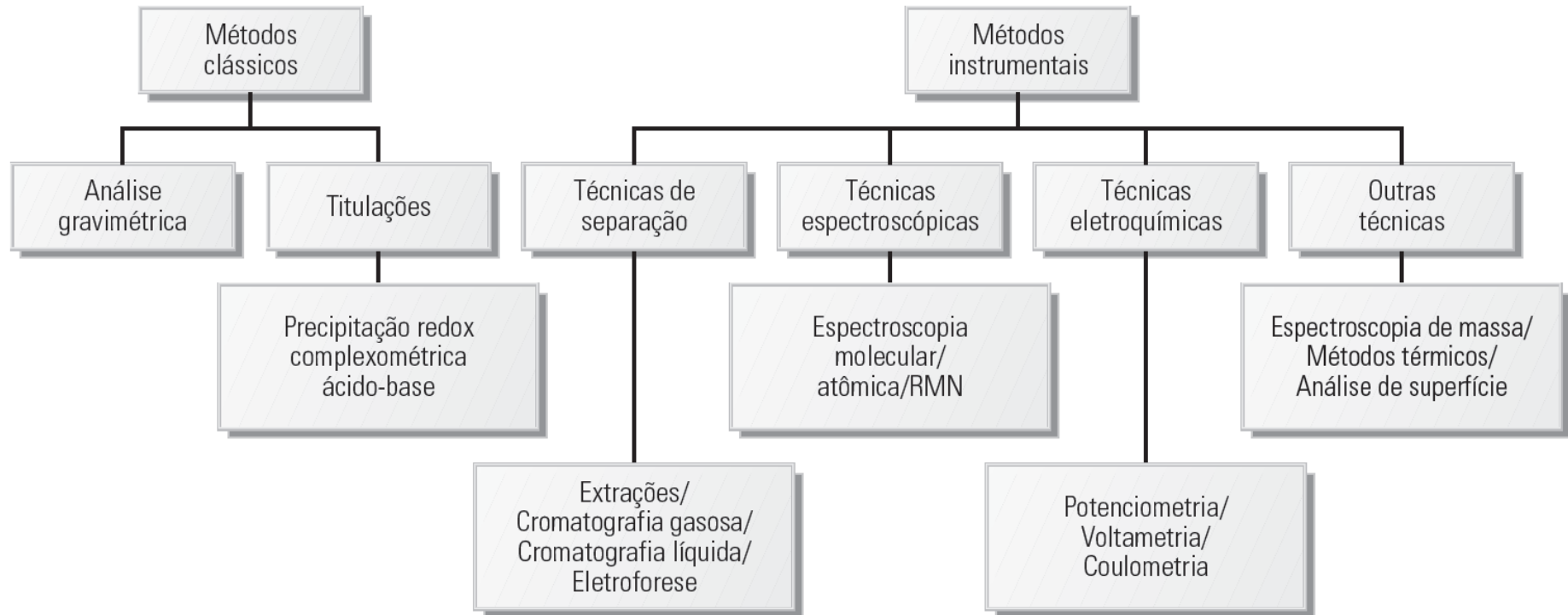


Métodos

As etapas gerais de um procedimento para análise química.



Métodos



Tipos de métodos analíticos



Abordagem geral	Questões tratadas
Análise qualitativa	Um determinado analito está presente na amostra?
Análise quantitativa	Quanto do analito está presente na amostra?
Identificação química	Qual é a identidade de uma substância química desconhecida em uma amostra?
Análise estrutural	Qual é a massa molecular/atômica, composição ou estrutura do analito?
Caracterização de propriedade	Quais são algumas das propriedades químicas e físicas do analito?
Análise espacial	Como o analito está distribuído por uma amostra?
Análise dependente de tempo	Como a quantidade ou a propriedade de um analito muda ao longo do tempo?



Boas práticas de laboratório

- **O que são boas práticas de laboratório?**
- Podem ser consideradas como um conjunto de diretrizes que promovem o trabalho e a conduta laboratoriais adequados.
- Um dos principais propósitos das boas práticas de laboratório é garantir que os resultados finais sejam uma representação válida de uma amostra.
- Para alcançar esse objetivo, é importante considerar todas as etapas de uma análise e adotar procedimentos adequados em cada uma delas.



Boas práticas de laboratório

Símbolos de riscos e rótulos químicos.



Agente oxidante



Explosivo



Altamente inflamável



Risco biológico



Radioativo



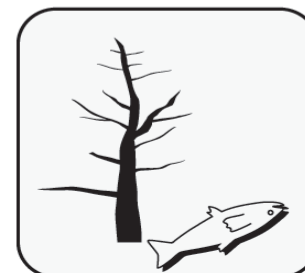
Tóxico



Nocivo



Corrosivo



Prejudicial ao meio ambiente



Tipos de equipamento volumétrico

Balão volumétrico

Balões volumétricos, dispositivos que servem para preparar soluções e diluí-las a um volume específico (geralmente de 1 a 2.000 mL).

Analytical Glassware Introduction

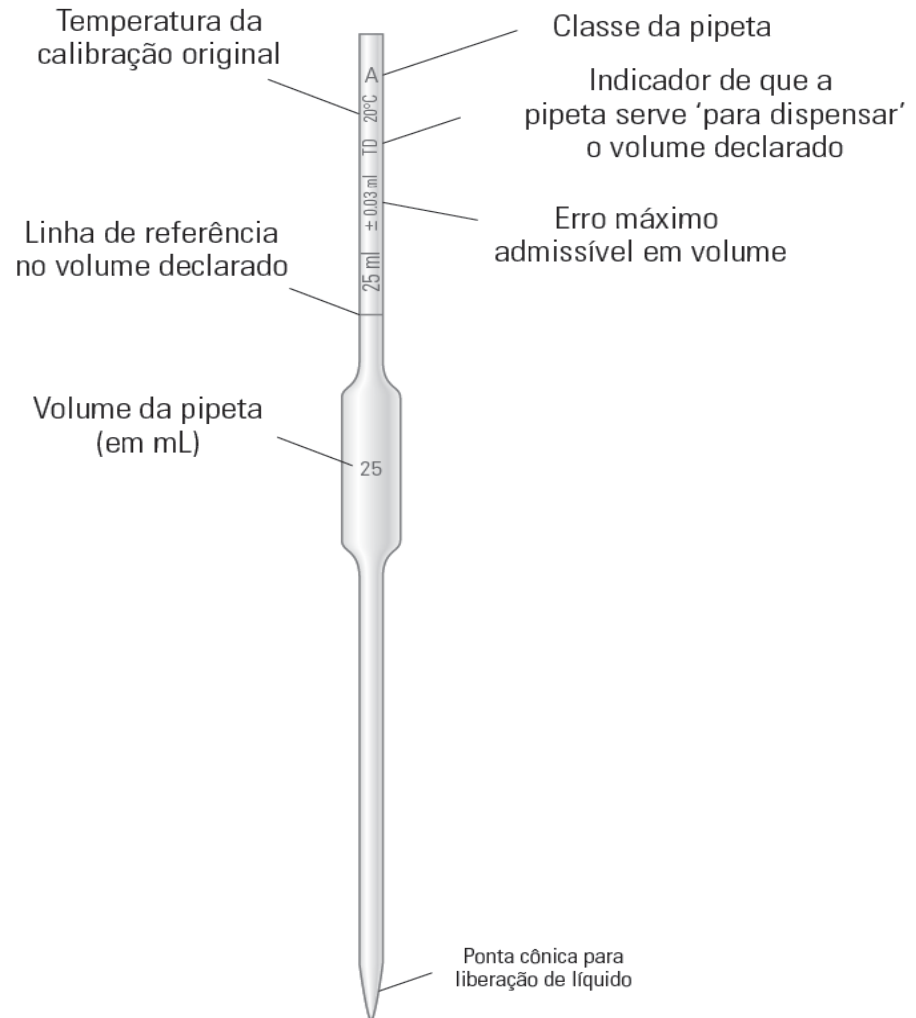
<https://www.youtube.com/watch?v=liCAoWqu2NY>



Tipos de equipamento volumétrico

Pipeta volumétrica

- *Pipetas volumétricas*, destina-se a medir e a dispensar um volume único e específico de líquido em um recipiente separado, como um frasco volumétrico.



Tipos de equipamento volumétrico

Pipetas



Pipeta Sorológica



Pipeta de Mohr



Pipeta de Ostwald-Folin



Tipos de equipamento volumétrico

Bureta

- *Buretas*, serve para medir e dispensar com precisão quantidades variáveis de um líquido.

Buret Reading

https://www.youtube.com/watch?v=gzvzvDv_BnA



Descrição da composição de amostras e reagentes

$$\% \text{ v/v} = 100 \cdot \frac{\text{Volume da substância química}}{\text{Volume da mistura}}$$

$$\text{m/v} = \frac{\text{Massa da substância química}}{\text{Volume da mistura}}$$

$$M = \frac{\text{Mols de soluto}}{\text{Litros de solução}}$$



Tipos de erro de laboratório

Existem dois tipos de erro que podem ocorrer em uma medição:

- **Erro sistemático**, representado por um viés constante entre os resultados encontrados e a verdadeira resposta.
- **Erro aleatório**, esse tipo de incerteza resulta de variações aleatórias em dados experimentais. Eles estão presentes em todas as medições, e são decorrentes de fatores como variações na leitura de instrumentos e condições experimentais que fogem ao controle.

Erros Aleatórios e Sistemáticos - Bioestatística #6

https://www.youtube.com/watch?v=I_8CkR2wyrQ



Exatidão e precisão

- **Exatidão** é usada em ciências para descrever a diferença entre um resultado experimental e seu valor verdadeiro.
- **Precisão** se refere à variação nos resultados obtidos em condições semelhantes.
- Dois termos usados para descrever a exatidão são:
 - ✓ *erro absoluto* e
 - ✓ *erro relativo*.



Exatidão e precisão

- O **erro absoluto** (e) de um resultado experimental (x) é encontrado pelo cálculo da diferença entre esse resultado e seu valor real (μ).

$$e = x - \mu$$

- O **erro relativo** (e_r) é calculado encontrando-se a diferença entre os valores reais e medidos e dividindo-se essa diferença pela resposta verdadeira.

$$e_r = \frac{x - \mu}{\mu}$$



Exatidão e precisão

Determinação do valor mais representativo

- Como os erros aleatórios estão presentes em qualquer medição, devemos, então, determinar a melhor forma de representar nossa resposta final. Essa tarefa é geralmente executada por meio da **média aritmética** (\bar{x} , também conhecida como mediana ou média), que é calculada conforme demonstrado a seguir.

$$\bar{X} = \frac{(X_1 + X_2 + \dots + X_n)}{n} = \frac{\sum (X_i)}{n}$$



Desvio padrão

Relatório de variações em um conjunto de resultados

- Um meio mais consistente de descrever a variação em um grupo de resultados é o uso do **desvio-padrão (s)**. Esse desvio é calculado por meio da equação abaixo, em que cada valor do conjunto (x_1 a x_n para n valores) é comparado com a média (\bar{x}) desse mesmo grupo de números.

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$



Desvio padrão

Relatório de variações em um conjunto de resultados

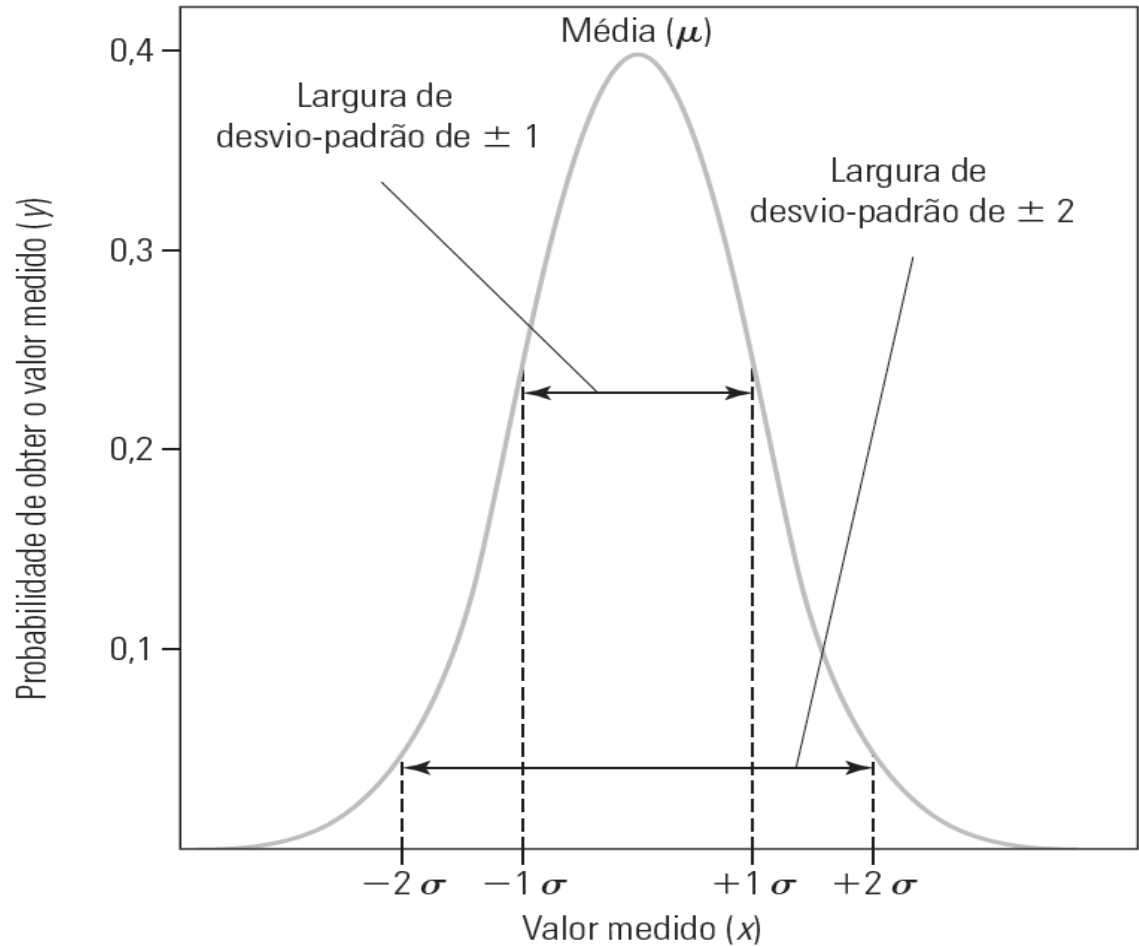
- Dois parâmetros relacionados com o desvio-padrão são a *variância* (V) e o *desvio-padrão relativo* (RSD). Este é também chamado de *coeficiente de variação* (CV), e é encontrado tomando-se o desvio-padrão de um grupo de resultados e dividindo-o pela média dos mesmos dados, em que $RSD = s/x$ ou $RSD (\%) = 100 \cdot (s/x)$.
- A variância é simplesmente igual ao quadrado do desvio-padrão, ou $V = (s)^2$, e é importante na descrição da propagação de erros experimentais.



Desvio padrão

Descrição da variação em grandes conjuntos de dados

- Se fôssemos fazer a mesma medição muitas vezes e plotar o número de vezes em que obtivéssemos um determinado valor, teríamos um resultado semelhante ao do gráfico na figura ao lado:



Distribuição normal (Gauss)

Descrição da variação em grandes conjuntos de dados

- Se tomarmos medidas suficientes e tivermos a mesma probabilidade de obter tanto variações altas quanto baixas em um resultado, o gráfico produzido terá uma 'forma de sino', com o centro ocorrendo na média de nosso conjunto de dados. Isso é conhecido como **distribuição normal** ou *distribuição de Gauss*

Distribuição Normal - Bioestatística #4

https://www.youtube.com/watch?v=FZDbJG_qXyw

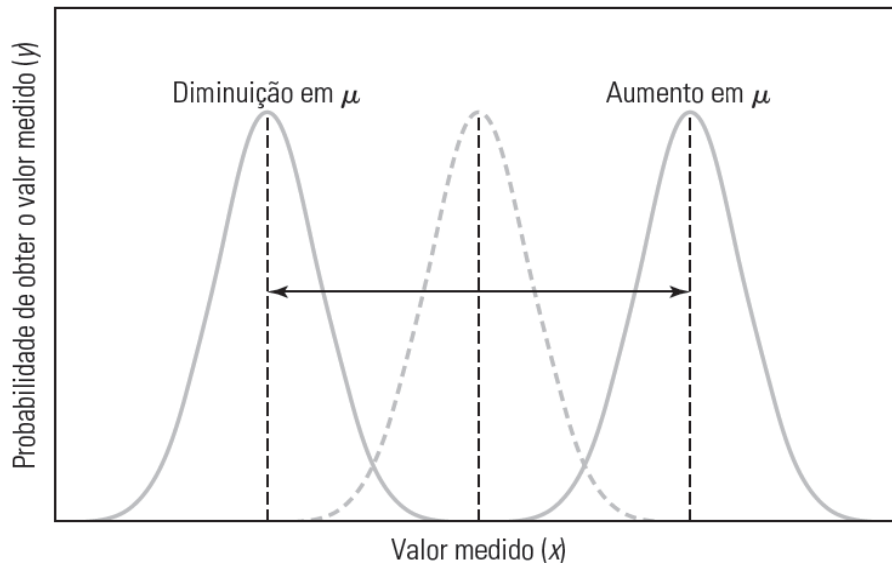


Distribuição normal (Gauss)

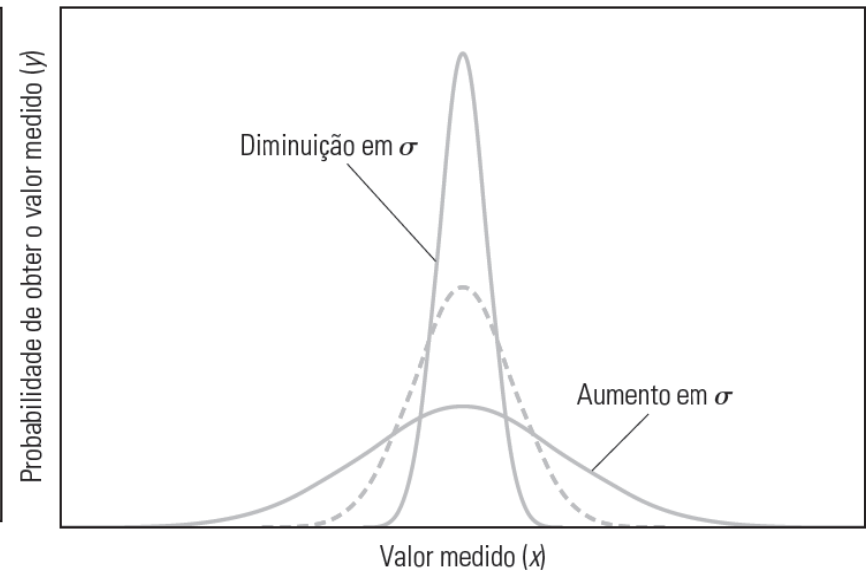
Descrição da variação em grandes conjuntos de dados

- Uma alteração na média ou no desvio-padrão afetará a forma de uma curva de distribuição normal:

Efeito da mudança na média (μ)



Efeito da mudança no desvio-padrão real (σ)

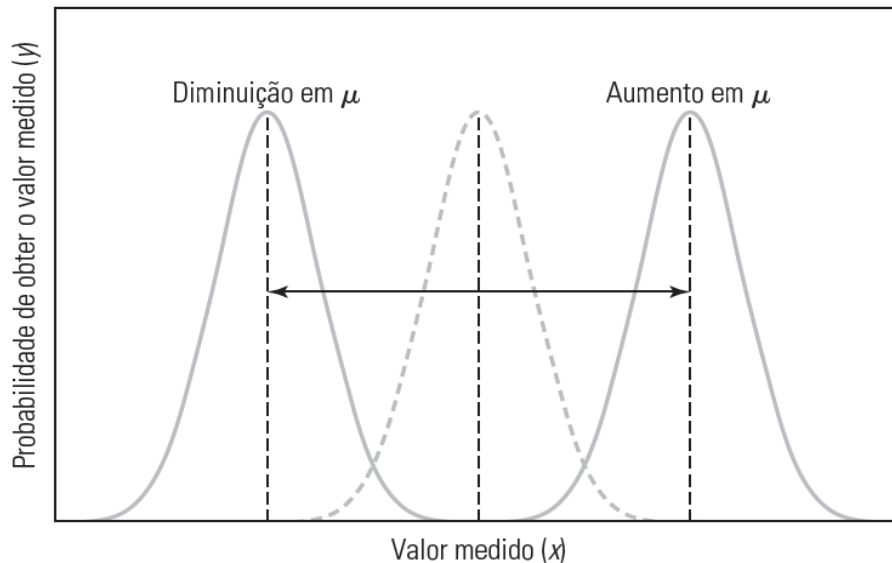


Distribuição normal (Gauss)

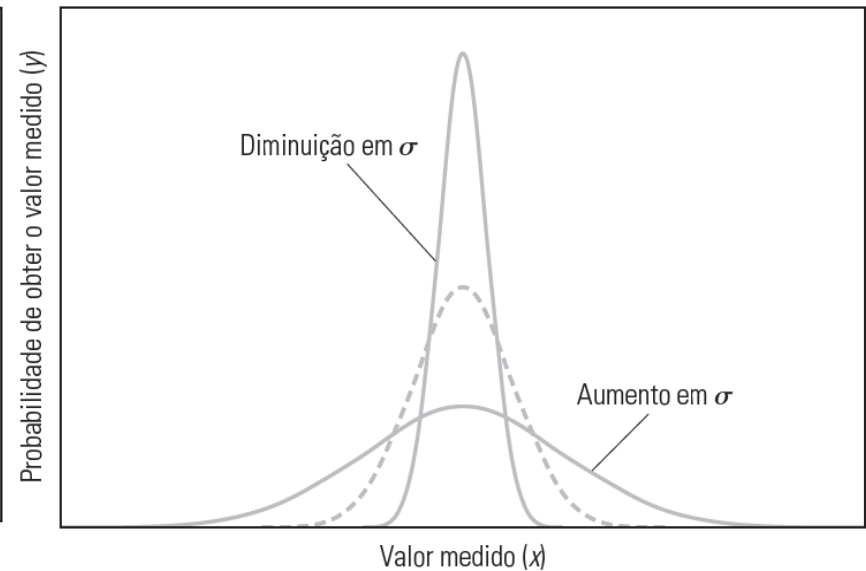
Descrição da variação em grandes conjuntos de dados

- Uma alteração na média ou no desvio-padrão afetará a forma de uma curva de distribuição normal:

Efeito da mudança na média (μ)



Efeito da mudança no desvio-padrão real (σ)



Literatura

Fonte dos Slides:

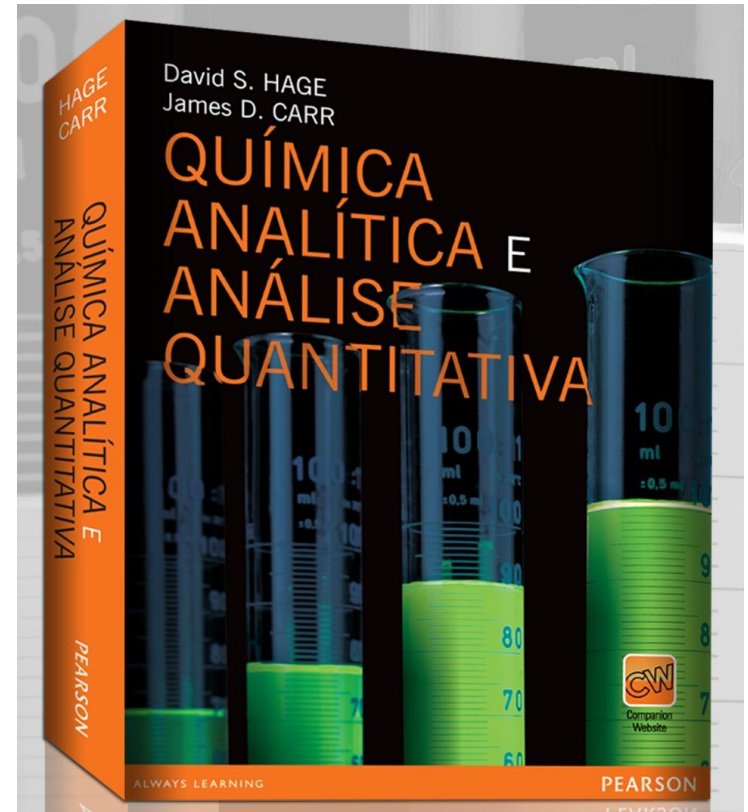
Química Analítica e Análise Quantitativa
Hage/Carr - Pearson/Prentice Hall

Outra literatura:

Análise Química Quantitativa Vogel -
Jeffery/Bassett/Mendham/Denney
LTC Editora

Química - A Ciência Central, 9ª Edição - Pearson/Prentice Hall

Química Geral - Vol. 1 - Brady/Humiston – 2ª Edição – LTC Editora



Prova

Fazer em casa. Escrever a mão e enviar fotografia da prova antes da próxima aula. Indicar como os cálculos são feitos (algarismos significativos / incerteza absoluta).

Descreve com suas próprias palavras os seguintes conceitos:

- a. Algarismos significativos
- b. Balança analítica
- c. Desvio padrão
- d. Pipeta de Mohr
- e. Bureta
- f. Balão volumétrico
- g. Erro aleatório
- h. Erro sistemático
- i. Distribuição normal



Videos desta aula:

Como tomar um banho levou ao princípio de Arquimedes — Mark Salata

<https://www.youtube.com/watch?v=ijj58xD5fDI>

Desvendando o mistério de Anticítera - science

<https://www.youtube.com/watch?v=3enNQfuHiNI>

Analytical Glassware Introduction

<https://www.youtube.com/watch?v=liCAoWqu2NY>

Buret Reading

https://www.youtube.com/watch?v=gzvzvDv_BnA

Erros Aleatórios e Sistemáticos - Bioestatística #6

https://www.youtube.com/watch?v=l_8CkR2wyrQ

Distribuição Normal - Bioestatística #4

https://www.youtube.com/watch?v=FZDbJG_qXyw

